**International Science Journal of Engineering & Agriculture**
2022; 1(4): 72-79
https://isg-journal.com/isjea/
doi: 10.46299/j.isjea. 20220104.09
ISSN: 2720-6319

# Структура і властивості порошкових сплавів на основі алюмінідів титану після обробки

**Вячеслав Сироватка**
Відділ матеріалознавства та інженерії високостійких поверхневих шарів, Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича Національної академії наук України, Київ, Україна
ORCID 0000-0001-5034-2656

**Для цитування цієї статті:**
Сироватка Вячеслав. Структура і властивості порошкових сплавів на основі алюмінідів титану після обробки. International Science Journal of Engineering & Agriculture. Vol. 1, No. 4, 2022, pp. 72-79. doi: 10.46299/j.isjea.20220104.09.
**Надійшла до редакції:** 20 вересня 2022 р.; **Схвалено:** 26 вересня 2022 р.;
**Опубліковано:** 01 жовтня 2022 р.

**Анотація:** Показано, що матеріали, консолідовані з механічно синтезованих порошків гарячим ізостатичним пресуванням і підданих додатковому відпалу, мають структурну спадковість і мають незвичайно високу мікротвердість, характерну для наноструктурних утворень. Гаряче ізостатичне пресування дозволяє реалізувати ефект структурної спадковості у матеріалах, спечених із порошків. Мікролегування порошкового сплаву Ti-Al скандієм забезпечує найкраще поєднання пластичності та характеристик міцності гарячепресованих матеріалів завдяки утворенню при високих температурах і навантаженнях рафінованої мікроструктури з нанорозмірними зернами.

Одним із можливих шляхів підвищення характеристик досліджуваного класу матеріалів є комплексна розробка режимів отримання безпористих матеріалів за збереження наноструктури. Для точної оцінки властивостей синтезованих порошкових матеріалів потрібні стандартні комплексні механічні випробування.

Таким чином, оптимальні механічні властивості має сплав на основі Ti-Al-Sc, підданий ГІП при $1200^0$C. Матеріал з такою мікроструктурою може вважатися перспективним для досягнення задовільного поєднання високої тріщиностійкості при кімнатній температурі та опору повзучості при підвищених температурах, обумовленого присутністю фази $\alpha_2$ та найтонших включень оксиду скандію на межах зерен.

Можна припустити, що при $1200^0$C посилюються дифузійні процеси, зменшується ступінь аморфізації решітки, розчинені в ґратці скандій і кисень залишають її і утворюють нанодисперсні оксиди, найбільш ймовірним місцем скупчення, яких є межі мікророзмірного субзерна. При цьому скандій, рафінуючи зерно від розчиненого в ґратці кисню, робить матеріал більш пластичним, а спадкова присутність скандію на поверхні вихідних частинок поряд з підвищеним вмістом там кисню здатна стабілізувати вплив на межі субзерен завдяки формуванню високодисперсних оксидних включень.

**Ключові слова:** алюмінід титану, гаряче ізостатичне пресування, порошок, частинка, пористість.

## 1. Вступ

Відомо, що безупинний розвиток, збільшення інтенсивності і масштабів використання авіаційної техніки, а також зростання конструктивної складності і вартості пристроїв вимагають високої надійності і довговічності деталей і вузлів.

В міру розвитку і вдосконалення двигунів зростають їх параметри, що призводить до збільшення температур і напружень, які впливають на деталі, зростання чутливості цих деталей до різного роду пошкоджень їх поверхневого шару. Тому постановка даної проблеми в загальному вигляді полягає у створенні нових матеріалів, які можуть працювати в жорстких умовах експлуатації і які піддаються, крім статичного і циклічного напруження, влив різних факторів і активних середовищ.

## 2. Об'єкт і предмет дослідження

У даній статті досліджувалися і вивчаються властивості алюмінідів титану з метою їх покращення за рахунок легування рідкоземельними металами, що не було розглянуто в інших працях, присвячених цій проблематиці.

## 3. Мета та задачі дослідження

Метою даної статті є визначення впливу термообробки на мікрокристалічну структуру інтерметалідів систем Ti-Al і Ti-Al-Sc, механічні властивості матеріалів, що були отримані за допомогою механохімічного синтезу і піддані гарячому ізостатичному пресуванню (ГІП).

## 4. Аналіз літератури

Аналіз досліджень і публікацій [1-7] показує, що інтенсифікація робочих процесів авіаційних двигунів вимагає від матеріалів комбінації властивостей у ряді випадків, які виключають один одного. Традиційні матеріали, що застосовуються для виготовлення деталей авіадвигунів, і методи зміцнення їх термообробкою вже не можуть, у ряді випадків, задовольнити вимоги сучасного авіадвигунобудування. Із сказаного випливає, що ці проблеми можна вирішити за рахунок покращення властивостей цього класу.

Сплави на основі алюмінідів титану $Ti_3Al$ ($\alpha_2$-фаза) та TiAl ($\gamma$-фаза) мають низьку щільність, високі питомі міцністні характеристики і високу жаростійкість до 1000 $^0$С. Поєднання механічних характеристик і питомої ваги пояснює той факт, що праці з алюмінідів титану поширені за рубежем. До недоліків інтерметалідних сплавів Ti-Al належить їх порівняно низька тріщиностійкість, що ускладнює їх використання. Покращення властивостей інтерметалідних сплавів можна досягнути як шляхом їх легування рідкоземельними металами і скандієм, що призводить до рафінування сплавів і утворення дисперсно зміцненої структури [8], так і одержанням сплавів із супердрібнозеренною структурою (так званою наноструктурою).

## 5. Методи досліджень

Інтерметалідні порошки на основі систем Ti-Al і Ti-Al-Sc, були отримані механічним легуванням шляхом інтенсивного розмолу вихідних порошків у планетарному млині. Відомо, що в процесі механічного легування радикально змінюються границі взаємної розчинності металів і синтез метастабільних фаз, твердих розчинів, інтерметалідів, оксидів і т.п., формується розупорядкована агломерована структура з нанорозмірними зернами і високою концентрацією механічних напружень і дефектів.

Гаряче ізостатичне пресування отриманих порошків проводилося при температурі 1200 $^0$С під тиском 5,5 ГПа. Використання ГІП для одержання компактних матеріалів дає можливість уникнути процесу рекристалізації і зберегти наноструктуру матеріалу, однак рівень пружних напружень може навіть зрости.

Фазовий склад пресовок визначали нікелевий рентгенівським методом за допомогою дифрактометра ДРОН-3М (Cu$K_\alpha$ – випромінювання і нікелевий фільтр). Індентифікацію фаз проводили відповідно до [9]. Дослідження механічних властивостей отриманих матеріалів було проведено методом побудови діаграми проникнення індентора в координатах навантаження-глибина проникнення, що дозволило визначити частку пластичної деформації під індентором [10,11].

Відпал зразків, отриманих гарячим ізостатичним пресуванням, здійснювали в шахтній вакуумній електропечі опору СШВЕ-1,25/25-12. Термообробку проводили при 1280 $^0$С з витримкою в печі протягом 10 годин.

## 6. Результати досліджень

На рис. 1 і 2 наведено рентгенівську дифракційну картину сплавів Ti-Al і Ti-Al-Sc після ГІП. Видно, що рентгенівські піки мають характер, типовий для рентгеноаморфних матеріалів. Фотографії мікроструктури сплавів після ГІП (рис.3) показують, що зерна складаються з агломератів наноструктурних складових, тобто структуру вихідних порошкових складових вдалося зберегти.

На рис.2 видно, що інтенсивність для $Ti_3Al$ збільшилась, а на рис. 1 спостерігаються явні піки порівняно з рентгенівським аналізом не відпалених зразків. Насамперед це пов’язано з тим, що відпал зразків, отриманих гарячим пресуванням, не вносить істотних якісних змін у фазовий склад матеріалів. Матеріал характеризується наявністю надлишкових фаз – висококонцентрованого твердого розчину та інтерметалідних з’єднань, що визначають дисперсний характер зміцнення. У такий спосіб найважливіші фазові перетворення відбуваються при механохімічному синтезі і гарячому ізостатичному пресуванні. Це – зв’язування легуючого елемента, що залишився, основним компонентом, а також частковий розпад як пересичених, так і непересичених твердих розчинів. Після гарячого ізостатичного пресування зразки мали гетерогенну структуру, чого не скажеш про відпалені зразки.

За глибиною впровадження індентора розраховувала робота пружної $A_{пр.}$ і пластичної $A_{пл.}$ деформацій, відношення $DO = A_{пр.}/A_{пл.}+A_{пр.}$, мікротвердість Hμ і модуль Юнга E (таблиця1).

**Таблиця 1.** Механічні характеристики сплавів.

| Сплав | $A_{пр.}$, мкДж | $A_{пл.}$,мкДж | *DO* | Hμ, ГПа | E, ГПа |
|---|---|---|---|---|---|
| | Гаряче ізостатичне пресування | | | | |
| Ti-Al | 0,76 | 0,71 | 0,52 | 8,80 | 171 |
| Ti-Al-Sc | 0,84 | 1,19 | 0,41 | 8,07 | 197 |
| | Гаряче ізостатичне пресування+відпал | | | | |
| Ti-Al | 0,91 | 0,87 | 0,51 | 8,61 | 168 |
| Ti-Al-Sc | 1,15 | 1,13 | 0,50 | 8,04 | 159 |

З таблиці 1 видно, що отримані матеріали мають дуже високу твердість, приблизно в півтора рази вищу, ніж у матеріалів, отриманих литтям, при досить високому рівні пластичності, особливо в матеріалах з добавками скандію. Становить інтерес дослідження можливості покращення механічних властивостей отриманих матеріалів шляхом тривалого високотемпературного відпалу, при якому зменшується внутрішні напруження, структура стає одноріднішою, зменшується пористість

У матеріалів після відпалу помітні явні піки порівняно з рентгенівським аналізом невідпалених зразків (див. рис.1). Це пов’язано з тим, що відпал зразків, отриманих гарячим пресуванням, приводить до усунення механічних напружень і значно зменшує ступінь аморфізації кристалічної структури. Мікроструктура відпалених зразків також значно

зменшилась – істотно знизилась пористість у матеріалах обох класів, причому у випадку із Sc це відбулося більш ефективно (див. рис.3). Сталося це, цілком імовірно, завдяки ефекту подальшого спікання пористого порошкового матеріалу при типовій для цього процесу температурі 0,8$T_{пл.}$.

Слід відзначити, що відпал для системи Ti-Al має свої певні особливості. Якщо відпал проводити при температурах, вищих орторомбічної трансформації, і охолодження матеріалу проводить із достатньою швидкістю, то в цьому випадку можливе формування тільки двофазної структури, що складається з β-матриці і включень $\alpha_2$.

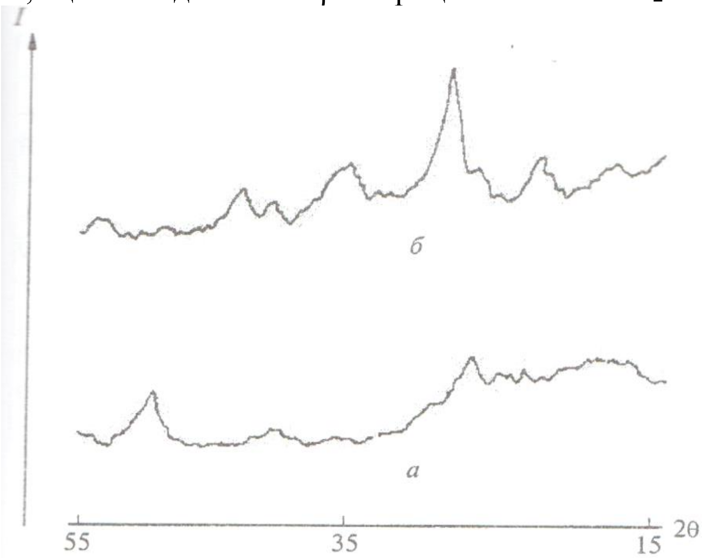



**Рис.1** Дифракційна картина сплавів після ГІП для Ti-Al-Sc(а) і Ti-Al(б).

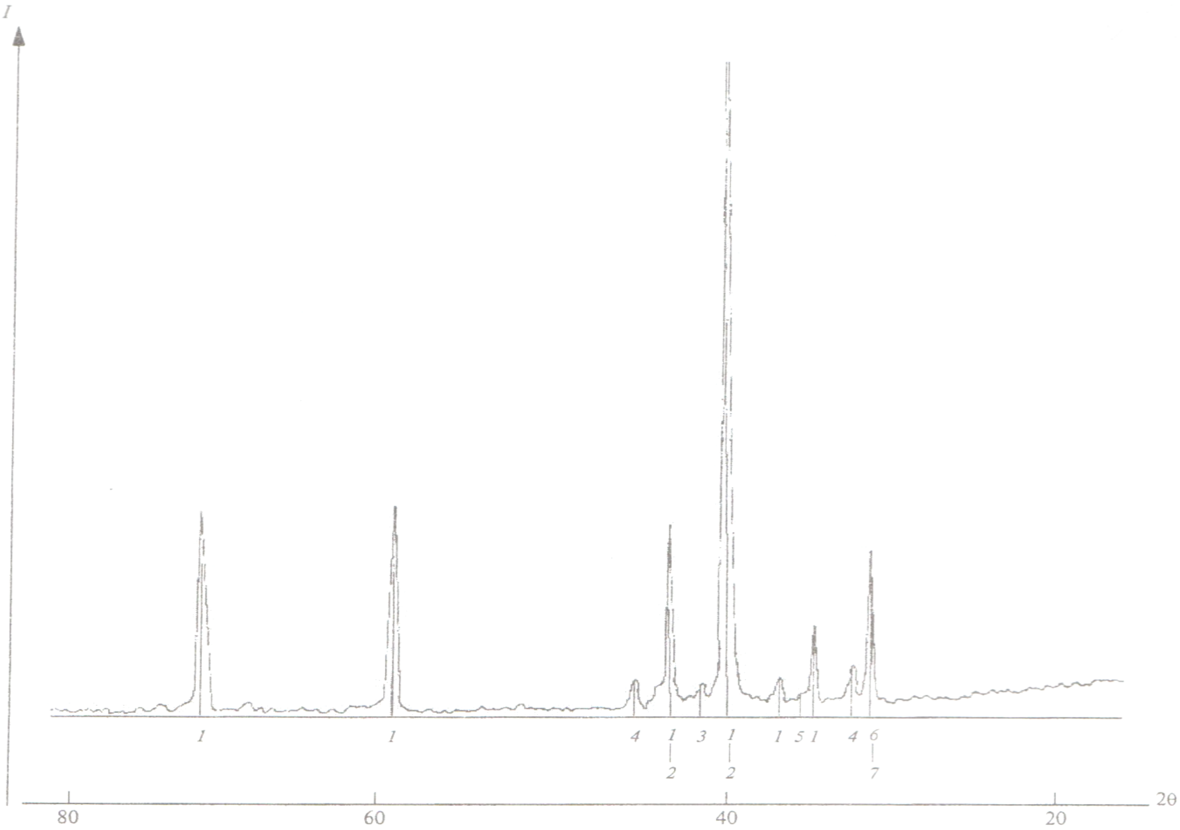



**Рис.2** Дифракційна картина після ГІП та додаткового відпалу: 1-$Ti_3Al$; 2- $Al_3Ti$; 3- $Ti_2Al$; 4- $Al_2O_3$; 5- $TiO_2$; 6-$Al_2TiO_5$; 7- $Ti_6O_{11}$.

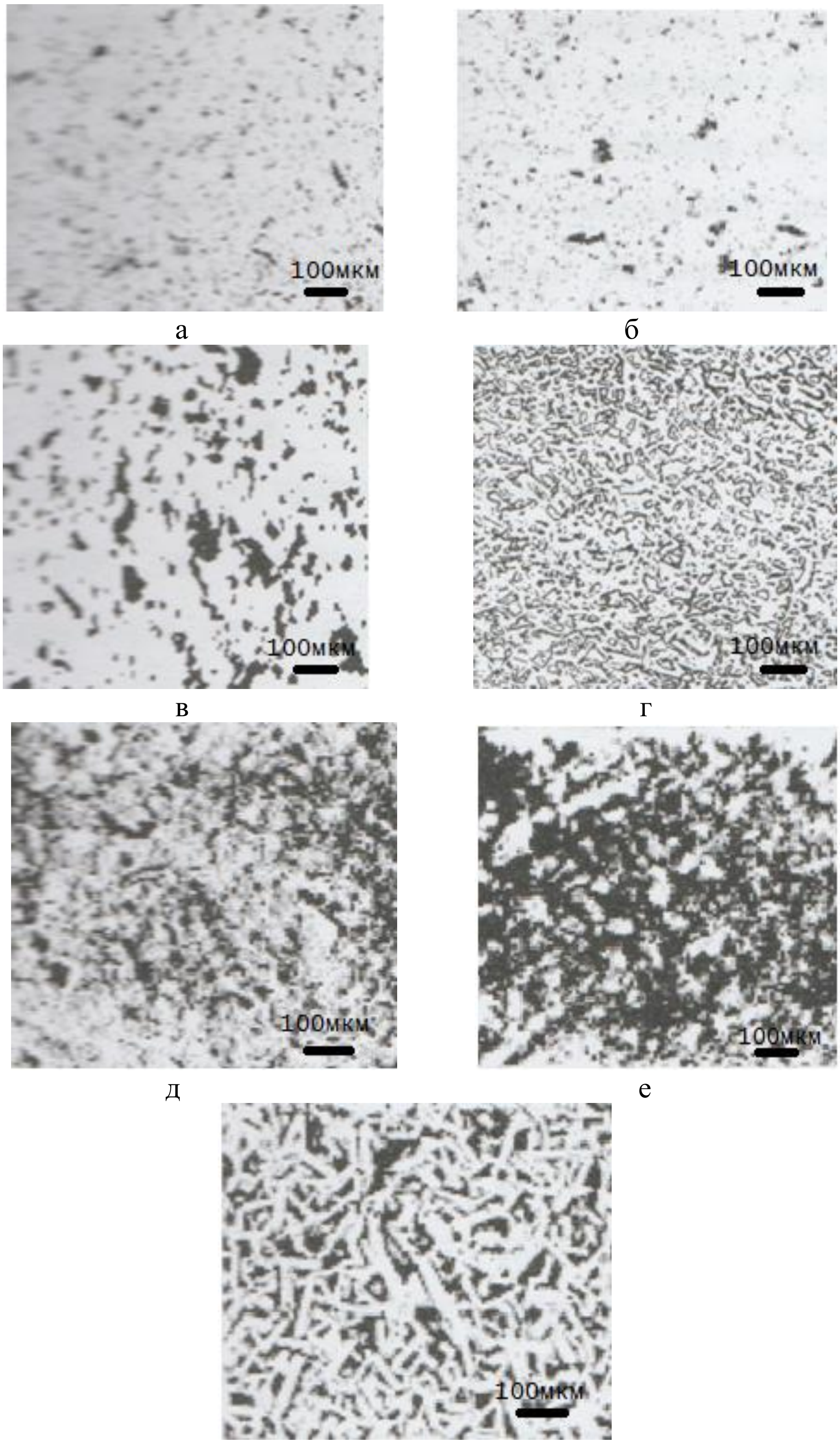



**Рис.3** Мікроструктура сплавів: Ti-Al(а,б,в); Ti-Al-Sc(б,г,е,ж). Після ГІП (а,б,д,е); після ГІП+ відпал (в,г,ж). Зображення у вторинних електронах (д,е,ж).

Однак при повільному охолодженні β-фаза розпадається за евтектичною реакцією β→ α + $Ti_3Al$ з попереднім виділенням надлишкової α-фази. Евтектоїдна суміш у титанових сплавах має підвищену міцність і крихкість порівняно з титановим мартенситом і β-фазою. Подібна структура сформувалася і в досліджуваних сплавах із скандієм після відпалу, де світла α-матриця містить рівномірно розподілені темніші включення $\alpha_2$ у вигляді кристалів

пластин, середня товщина яких становить 2мкм, а довжина змінюється в широкому діапазоні приблизно від одного до кількох мікронів. На відміну від цього структура матеріалу без скандію складається переважно з грубих світлих пластин, причому структура в цілому виглядає менш однорідною і в ній видно темні пори. Така ідентифікація фаз підтверджується і результатами рентгенівського аналізу. Елементи структури перебувають за межами застосування металографічного методу. Величина зерен основи не перевищує десятих часток мікрометра.

Елементи структури були виявлені тільки за допомогою мікрорентгеноспектрального аналізу. Мікроспектральні дослідження показали, що досліджувана структура належить до наноструктурного типу і розмір зерен не перевищує 1 мкм.

Як видно з таблиці 1, на механічні властивості високотемпературний відпал істотно не вплинув. Мікротвердість матеріалів практично не змінилося, хоча можна було б очікувати часткового її зниження за рахунок зняття наклепу. Очевидно, аномально висока твердість матеріалів, отриманих методом механічного легування, зумовлена не тільки деформаційним зміцненням, а й особливостями наноструктурних матеріалів, мікротвердість яких зв'язана з розміром зерен $L$ відомим співвідношенням (1):

$$H_{\mu}= H_{\mu 0}+ AL^{-1/2} \quad (1),$$

де $A$- деякий розмірний коефіцієнт.

Дійсно, як уже згадувалося вище, мікроструктурні дослідження зразків показали, що наноструктура в них зберігається і після відпалу, хоч ступінь упорядкованості її зростає. Збереження дрібнозернистої структури після тривалого високотемпературного відпалу пов'язано з тим, що матеріали, отримані методом інтенсивного механічного легування і подальшого висотемпературного гарячого пресування, мають між зернами висококутові границі, що ускладнює процеси збірної рекристалізації при відпалі, які й самі можуть бути дуже складними через високу концентрацію напружень у матеріалі.

Для зразків системи Ti-Al-Sc після відпалу спостерігається помітне зменшення модуля пружності і збільшення роботи пружної деформації при роботі пластичної деформації, що не змінилися. Це можна пов'язати з перерозподілом елементів між матрицею і включеннями.

Таким чином, високотемпературний відпал інтерметалідних сплавів на основі Ti-Al і Ti-Al-Sc не привів до істотної зміни механічних характеристик матеріалів, а через зниження величини модуля Юнга не виключено зменшення коефіцієнта тріщиностійкості, величина якого $K_{1c}$ пропорційна $\sqrt{E\gamma}$, де $\gamma$ – ефективна поверхнева енергія границь зерен. Подібний ефект зниження в'язкості руйнування спостерігався раніше при відпалі гама-алюмінідів титану[12-15].

## 7. Перспективи подальшого розвитку досліджень

Отримані результати показують доцільність подальшої роботи в цьому напрямку та дослідженням у майбутньому покриттів з цього класу матеріалів.

## 8. Висновки

Найкраще поєднання властивостей – високої твердості й водночас підвищеної в'язкості – має сплав із скандієм (підданий ГІП при 1200 $^{0}$C), стан якого характеризується як рентгеноаморфний. До цього можна додати, що тип мікроструктури цього матеріалу прийнято вважати перспективним для досягнення балансу між ступенем пластичності при кімнатній температурі й опором повзучості при підвищених температурах. Наявність найтонших частинок $\alpha_2$ є позитивним чинником як для досягнення високої міцності при кімнатній температурі, так і для опору високотемпературному крипу.

**Список літератури:**

1. Froes F.H., Surynarayana C., Eliezier D. Synthesis, properties and application of titanium alumides // J. Material Science .- 1992.-27.-p.5113-5140.
2. Dimiduk D.M. Gamma titanium aluminide alloys an assessment within the competition of aerospace structural materials // J. Materials Science and Engineering.-1999.-A.263.-p.281-288.
3. Froes F.H., Surynarayana C., Russell K.,Li C.-G. Synthesis of intermatelics by mechanical alloying // Ibid.-1995.- A192-193.-p.612-623.
4. Григорьева Т.Ф., Баринова Ф.П., Ляхив Н.З. Механохимический синтез интерметаллидных соединений // Успехи химии.- 2001.-70(1).-с.52-66.
5. Brady M.A., Brindley W.J., Smalalek J.L., Locci I.E. Oxidation and protection of γ-titanium aluminides // JOM.- 1996.-№11.-P.46-50.
6. Dettenwanger F., Schman E., Ruhle M. et at. Microstructure Study of Oxidized TiAl // Oxidation of Metals.-1998.-P.269-282.
7. Gauthier V., Dettenwanger F., Schutze M. Oxidation behavior of γ- TiAl coated with zirconia thermal barriers // Intermetallics.-2009.-№10.-P.667-674.
8. Оликер В.Е., Кресанов В.С. Структура и свойства детонационных покрытий на основе γ -TiAl // Порошковая металлургия.-2000.-№ 11/12.-с.82-88.
9. X-Ray diffraction date cards, ASTM, 1975.
10. Мильман Ю.В. Новые методики микромеханических испытаний материалов методом локального нагружения твердым индентором // Сучасне матеріалознавство XXI сторіччя.- К.: Наук. думка.- 1998.-с.637-656.
11. Булычев С.И., Алехин В.П., Терновский А.П. Определение физико-механических свойств материалов методом непрерывного вдавливания индентора // Физика и химия обработки материалов.- 1976.- 2.- с.58-63.
12. Knott J.F The structural integrity of the new „Advenced” materials // Сучасне матеріалознавство XXI сторіччя.- К.: Наук. думка.- 1998.-с.473-482.
13. Oliker V.E., Kresanov V.S. Scandium-containing gamma titanium aluminide alloys and coatings for aerospace structural parts // Advanced materials and processes for gas turbines. TMS (The Minerals, Metals & Materials Socieyty). - 2003. – P.293-300.
14. Оликер В.Е., Трефилов В.Н., Кресанов В.С., Гридасова Т.Я. Влияние скандия и хрома на структуру и жаростойкость сплавов на основе γ-TiAl // Порошковая металлургия.-2000.-№9/10.-с.77-88.
15. Ивасишин О.М., Демидик А.Н., Саввакин Д.Г. Использование гидрида титана для синтеза алюминидов титана из порошковых материалов // Порошковая металлургия.–1999.–№9/10.–с.63-69.

# Structure and properties of powder alloys based on titanium aluminides after heat treatment

**Viacheslav Syrovatka**
Department of highly-persistant surface layers material science and engineering Frantsevich Institute for Problems of Materials Science National Academy of Science of Ukraine, Kyiv, Ukraine
ORCID 0000-0001-5034-2656

**Abstract:** It is shown that materials consolidated from mechanically synthesized powders by hot isostatic pressing and subjected to additional annealing have structural heredity and have an unusually high microhardness characteristic of nanostructured formations. Hot isostatic pressing makes it possible to realize the effect of structural heredity in materials sintered from powders. Scandium microalloying of Ti-Al powder alloy provides the best combination of ductility and

strength characteristics of hot-pressed materials due to the formation of a refined microstructure with nanosized grains at high temperatures and loads.

One of the possible ways to improve the characteristics of the studied class of materials is the complex development of modes for obtaining non-porous materials while maintaining the nanostructure. To accurately assess the properties of the synthesized powder materials, standard complex mechanical tests are required.

Thus, an alloy based on Ti-Al-Sc subjected to HIP at $1200^0$C has optimal mechanical properties. A material with such a microstructure can be considered promising for achieving a satisfactory combination of high crack resistance at room temperature and creep resistance at elevated temperatures due to the presence of the $\alpha_2$ phase and the finest inclusions of scandium oxide at the grain boundaries.

It can be assumed that diffusion processes increase at $1200^0$C, the degree of lattice amorphization decreases, scandium and oxygen dissolved in the lattice leave it and form nanodispersed oxides, the most probable place of accumulation of which is the boundaries of a microsized subgrain. At the same time, scandium, refining the grain from oxygen dissolved in the lattice, makes the material more plastic, and the hereditary presence of scandium on the surface of the initial particles, along with an increased oxygen content there, can have a stabilizing effect on the boundaries of subgrains due to the formation of highly dispersed oxide inclusions.

**Key words**: titanium aluminide, hot isostatic pressing, powder, particle, porosity.